

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 01-113436

(43)Date of publication of application : 02.05.1989

(51)Int.Cl.

C08J 3/22

B01J 13/02

C08K 9/10

C08K 9/10

(21)Application number : 62-271461

(71)Applicant : YOSHIMOTO HIROSHI
MATSUBARA NOBUKO
CHO SHINICHI

(22)Date of filing : 26.10.1987

(72)Inventor : YOSHIMOTO HIROSHI
MATSUBARA NOBUKO
CHO SHINICHI

(54) PREPARATION OF SYNTHETIC RESIN PELLET CONTAINING MICROCAPSULATED ADDITIVE IN HIGH CONCENTRATION

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain the title pellets exhibiting uniform dispersibility and slow release effect of an additive, by compounding specified microcapsules, a dispersing agent and a low m.p. fluidizing agent with a limited mixing ratio.

CONSTITUTION: When a microcapsules including large amt. of various additives are incorporated in a synthetic resin in high concn., inorg. spherical porous or spherical hollow porous microcapsule whose particle size is $0.1W200\mu$ are used. The mixing ratio of the microcapsules is 20W90wt.%. As a dispersing agent, metallic soaps of various fatty acids, fatty acid monoglycerides, ketones having long chain alkyl groups, etc., are used and the mixing ratio is 3W10wt.%. A low m.p. fluidizing agent such as polyethylene wax or liq. paraffin is used and the mixing ratio is 7W77wt.%. The aimed synthetic resin pellet is obtd. by satisfying these conditions.

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

平1-113436

⑬ Int. Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 平成1年(1989)5月2日

C 08 J 3/22

B 01 J 13/02

C 08 K 9/10

CAM
KCR

8115-4F

Z-8317-4G

A-6845-4J 審査請求 未請求 発明の数 1 (全4頁)

⑮ 発明の名称 添加剤内包マイクロカプセルを高濃度に含有した合成樹脂ペレット
の製造方法

⑯ 特 願 昭62-271461

⑰ 出 願 昭62(1987)10月26日

⑱ 発 明 者	吉 本	博	大阪府高槻市高槻町10-1
⑱ 発 明 者	松 原	信 子	兵庫県川西市向陽台3丁目3番地の141
⑱ 発 明 者	長	慎 一	京都府八幡市橋本栗ヶ谷64-52
⑲ 出 願 人	吉 本	博	大阪府高槻市高槻町10-1
⑲ 出 願 人	松 原	信 子	兵庫県川西市向陽台3丁目3番地の141
⑲ 出 願 人	長	慎 一	京都府八幡市橋本栗ヶ谷64-52

明 細 書

1. 発明の名称

添加剤内包マイクロカプセルを高濃度に含有した合成樹脂ペレットの製造方法

2. 特許請求の範囲

香料、紫外線吸収剤、帯電防止剤、防曇剤、防汚剤、防カビ剤、防虫剤、殺虫剤など各種の添加剤を多量に内包したマイクロカプセルを使用し、このマイクロカプセルを合成樹脂に高濃度に含有せしめるに取し

① 粒子径0.1～300ミクロンの無機質の球形多孔質または球形中空多孔質のマイクロカプセルを使用する。

② 各種添加剤内包マイクロカプセルの混合比率(重量%)は20～90%である。

③ 分散剤として各種脂肪族金属石鹸、モノグリセライドの脂肪族エステル、炭鎖状アルキル基を有するクトン類などを使用しその混合比率(重量%)は2～10%である。

④ 各種添加剤内包マイクロカプセルの均一分散性を得るためポリエチレンワックス、アタクチックポリプロピレン、流動パラフィン、カルナワバワックスなどの低融点流動化剤を使用しその混合比率(重量%)は1～10%である。

これらの条件を満足せしめることによって、各種添加剤を内包したマイクロカプセルを高濃度に含有した合成樹脂ペレットを得ることを特徴とする製造法。

3. 発明の詳細な説明

① 産業上の利用分野

香料、防虫剤、防カビ剤…などをできるだけ多量に含有し、成形品、シート、フィルム状物に成形した場合、これらの各種添加剤を内包したマイクロカプセルが均一に分散し、しかも球形多孔質マイクロカプセルの使用により、内包された添加剤の徐放性を得られ、長期に亘って添加剤の効果が発揮される。

② 従来の技術

従来の各種添加剤内包マイクロカプセルを高

特開平1-113436 (2)

濃度に含有した合成樹脂ペレットすなわちマスターバッチの製造法として

①ドライブレンド法で製造したマスターバッチは、添加剤内包マイクロカプセルの混合比率は高々10～20%である。合成樹脂ペレットを用いずに合成樹脂粉末を使用した場合は、約80%の混合比率が得られるが、これらのマスターバッチ単独あるいは合成樹脂ペレットの添加によって混合したものも例へば異質機でフィルムを作った場合内包マイクロカプセルの樹脂中での分散が悪く得られたフィルムはフイッシュアイ、ブローマークなどの欠点が多く良品は得られない。

また熱安定性の悪い添加剤とくに香料の場合は射出成形、押出成形、カレンダー成形、ロール練りなどの高温条件で香料の分散、蒸散を生じロスが極めて大きい。

②ドライブレンド法でマスターバッチを作る場合ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸鉛などの脂肪族金属石鹸の分散剤を使用しても上述の①

などの方法では添加剤内包マイクロカプセルを高々10%以上に合成樹脂に混合し、しかもこれから得られた成形品、シート、フィルムなどが添加剤内包マイクロカプセルの均一分散性を有することは不可能であった。

本発明はこのマイクロカプセルの合成樹脂に対する混合比率を最大90%まで増大し、しかもマイクロカプセルの均一分散性を確保した合成樹脂マスターペレットの製造法に関するものである。

このために

③分散剤として各種脂肪族金属石鹸、モノグリセライドの脂肪族エステル、長鎖状アルキル基を有するケトン類などを使用する。そしてその混合比率（重量%）は3～10%が良い。脂肪族金属石鹸としてはステアリン酸亜鉛、ステアリン酸鉛など、モノグリセライドの脂肪族エステルとしてステアリン酸モノグリセライド、オレイン酸モノグリセライドなど、長鎖状アルキル基を有するケトンとしてステ

と同じ結果しか得られず分散が悪い。

したがってこのマスターバッチペレットを使用して製造したフィルムも均一性がよくムラが多くフイッシュアイも多発している。

上述のように従来技術では本特許請求範囲に記載したような均一分散性の添加剤内包マイクロカプセルの高濃度含有合成樹脂マスターペレットは得られない。

④発明が解決しようとする問題点

従来技術では不可能とされた香料、防虫剤、防カビ剤などの添加剤内包マイクロカプセルを高々10%までの高濃度に含有し、しかもこれらで成形、製膜、シート成形したとき添加剤内包マイクロカプセルの均一分散性および添加剤の分散性効果の得られる合成樹脂マスターペレットを製造する方法である。

また高濃度含有により成形品、シート、フィルムなどは添加剤の分散性問題は大化化する。

⑤問題点を解決するための手段

従来のドライブレンド法あるいはロール練り

アロンなどが良い。

⑥高濃度の添加剤内包マイクロカプセルを含有する合成樹脂マスターペレットの主成分は低融での混合、均一分散助剤としての低融点のポリエチレンワックス、アタクチックポリプロピレン、低融パラフィン、カルテックワックスなどの低融点流動化剤である。

その混合比率（重量%）は1～7%である。

本発明の高濃度マスターペレット製造の重要な点はこれらの低融点流動化剤の使用にある。従来のドライブレンド法ではポリエチレン、ポリプロピレンなどの合成樹脂ペレットに芳香剤分散剤、添加剤内包マイクロカプセルを加えてブレンダーでよく混合し押出機で押出しペタイズしてマスターペレットを作っている。しかしポリエチレン、ポリプロピレンの合成樹脂では押出後の押出温度200～250℃で例へば添加剤が香料の場合可成りの成分が逸散または分解しロスとなる。通常低融点樹脂を用いても押出温度は150～200℃である。

特開平1-113436(3)

この点本発明によるものは低融点流動化剤を使用するのでスーパーミキサーで混合する場合摩擦熱でポリエチレンワックスに添加剤内包カプセルが均一に混合され均質なマスタペレットが得られる。

このときのスーパーミキサーの回転数は配合割合により9000～3000rpmで時間は5分で充分である。

また押出機でマスタペレットを製造する場合はこの配合物に更に高圧法ポリエチレンを適当な割合に配合して120～180℃で押出成形すると分散性均一の中濃度のマスタパッチを得ることができる。又温度などを使用時は押出機以外に上記配合物を熱可塑性樹脂とブレンドしロール製パンバリ製も可能である。この中濃度マスタペレットに着色剤を加え製膜すれば透明な均質なカラーフィルムが得られる。

ポリエチレンワックス、アタクチックポリプロピレン、流動パラフィン、カルナウバワックスなどの低融点流動化剤はポリエチレンの他にポ

リプロピレン、ポリスチレン、ポリ塩化ビニール、ABS、ポリカーボネート、ポリアミド…などの熱可塑性樹脂に適用できる。

④各種添加剤内包マイクロカプセルの配合比率(重量%)は30～70%である。

すなわち従来技術の30%をはるかに上回る配合比率である。

本発明に使用するマイクロカプセルは粒子径 ϕ 1～200ミクロンの無機質の球形多孔質または球形中空多孔質の微粒子である。

材質は

○アルカリ土類金属炭酸塩：炭酸カルシウム、炭酸バリウム、炭酸マグネシウムなど

○アルカリ土類金属硫酸塩：硫酸カルシウム、硫酸バリウム、硫酸マグネシウムなど

○金属炭化物：シリカ、アルミナ、酸化鉄、酸化コバルト、酸化ニッケルなど

○金属炭酸塩：炭酸コバルト、炭酸ニッケル、塩基性炭酸銅などである。

上記①②③の諸条件を満足せしめることによ

て分散性均一、長期徐放性効果を有する高濃度合成樹脂マスタペレットを得ることができる。押出機によるマスタパッチを得る押出温度は配合割合によって100～180℃が適正であるこの温度範囲以外では毎秒押出しが困難であるかまた高圧押出しのため発熱し所期のペレットは得られない。

例へば押出温度180℃ではベント型押出機ではベント口からポリマーが吹き出して押出成形できない。

四 発明の効果

本発明による高濃度合成樹脂マスタペレットの製造実施例を以下の通り記す。

実施例1 低融点ポリエチレンワックス10部ローズ香60%内包シリカマイクロカプセル60部ステアリン酸亜鉛10部をスーパーミキサーで6000rpmで6分間混合し ϕ 8× ϕ 8× ϕ 4mm角サイズのペレットを得た。このペレット5部にポリエチレン樹脂3部をブレンダーで混合し射出成形機で歯ブラシの柄を成形した。

この柄はマイクロカプセルの分散はきわめて均質でバラ香の芳香を有し、その保香期間は室温10～30℃で1年間保持した。

実施例2

低融点ポリエチレンワックス45部白檀香60%内包シリカマイクロカプセル50部ステアリン酸亜鉛5部の配合物をスーパーミキサーで7000rpmで6分間混合し ϕ 8× ϕ 8× ϕ 4mmサイズの白檀香内包マイクロカプセル高濃度含有マスタペレットを得た。

このもの10部にポリスチレン(GP用)90部を加えブレンダーで混合射出成形機でハンガーを成形した。

このハンガーはマイクロカプセルの分散が均一でポリスチレンの透明性白檀香を有し室温放置で約1年の保香期間を有していた。

実施例3

ローズ香60%内包シリカマイクロカプセル50部にポリエチレン3部ステアリン酸亜鉛5部を加えブレンダーで混合し押出機でペレットイ

特開平1-113436(4)

した。

このペレットをチューブラ式製膜機でフィルムを製造した。得られたフィルム(25μm厚さ)はマイクロカプセルの分散不良により、フィッシュアイ多くまたフローマークも多発した。また製膜時破切れも時々発生した。ローズ香は有するがフィルムとして不良である。

実施例4

防曇剤60部内包シリカマイクロカプセル40部流動パラフィン55部分散剤T-1(花王製ケトン系)5部の配合物をスーパーミキサーで3000R.P.M.5分間混合し平均3×3×4mmサイズのマスタペレットを得た。

このマスタペレット80部に軟質ポリ塩化ビニールコンパウンド80部を加へブレンダーで混合後T-1で押出成形し厚さ200μmの軟質塩ビシートを得た。このシートはフィッシュアイ、フローマークのない均質なシートでこれに水蒸気を噴霧したところ結露せず水滴を生じなかった。この防曇効果はくり返し試験に耐え

混合(5分間)して得たペレットを使用したものは上述の射出成形品度(200℃)より60℃でも低い180℃の射出成形温度で歯ブラシの柄を成形することができた。分散性がよく均質でまた低温成形のためパラフィンのロスがきわめて少なく、香の保存期間は1年を有している。

またパラフィン60部内包シリカマイクロカプセル60部ポリニチレン48部ステアリン酸亜鉛5部の配合物をブレンダーで混合し、射出成形機で歯ブラシの柄を成形した。しかしこの成形品は成形品表面にマイクロカプセルの分散不良によるブツブツが多く、また成形品は白濁しており商品価値がない。香の保存期間も成形温度が高いため香のロスが大きく、3週間と短かった。

実施例5

実施例1で得られたマスタペレットとポリエチレンを1:1に配合しブレンダーで混合しマイクロカプセル40部の中硬度マスタペレットを得た。

年間の使用実績がある。このシートは防曇剤を4%含有しているが軟質塩ビコンパウンドに6%の防曇剤を直接配合して押出成形し、シートとしたものは最初の数回は結露せず防曇性を示すがその後は試料ともに防曇性が激減し、1週間で防曇効果を示さなくなった。

実施例6

パラフィン60部内包シリカマイクロカプセル60部ポリニチレン10部ステアリン酸亜鉛10部をブレンダーで混合し、このものを射出成形機で歯ブラシの柄を成形した。しかしポリエチレンの量が少なく射出成形できなかった。

上記配合物80部に更にポリエチレン20部を加へブレンダーで混合し、射出成形機で歯ブラシの柄を成形した。しかし成形品のマイクロカプセルの分散が悪く斑点状を多数表面に生じ、また成形温度が高いためパラフィンの分解逸散のロスが多く香の大半を減少を生じた。

これに対し、実施例1で示したように、塩化点ワックスを使用し配合物をスーパーミキサーで

このもの10部にポリニチレン90部を加えよく混合し、チューブラ式製膜機で厚さ200μmのフィルムを製造した。このフィルムは透明性がよくフィッシュアイもなく、フローマークもない均質なフィルムを得た。保存期間は室温で3ヶ月以上であった。

以上実施例に示されたように本発明による高濃度マスタペレットを使用することにより成形品、シート、フィルムなどの成形品は均質で各種添加剤の長期に亘る放散効果をもったものが得られる。またこれらのマスタペレットは従来技術ではえられない50%の高濃度の添加剤内包マイクロカプセル含有合成樹脂マスタペレットが得られる。さらにこのマスタペレット単独または合成樹脂配合物は合成樹脂に対する全割合添加剤配合物よりも低温で成形できるため熱安定性の悪い添加剤たとえば香料の融合ロスが少なく、きわめて有用である。

特許出願人 吉 本 博
(その他2名)